PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: 04228414 A

(43) Date of publication of application: 18.08.92

(51) Int. CI

C01B 33/037 H01L 31/04

(21) Application number: 03104342

(22) Date of filing: 09.05.91

(30) Priority:

30.05.90 JP 02138266

30.05.90 JP 02138268

(71) Applicant:

KAWASAKI STEEL CORP

(72) Inventor:

BABA HIROYUKI YUSHIMO KENKICHI ARAYA MATAO

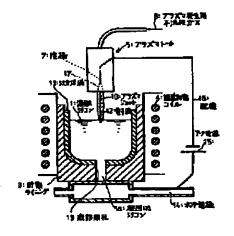
(54) PURIFICATION OF SILICON AND APPARATUS THEREFOR

(57) Abstract:

PURPOSE: To improve the purity of silicon by blasting a plasma jet stream of an inert gas added with a specific amount of steam and/or SiO_2 to the surface of molten Si held in a vessel made of SiO_2 or an SiO_2 mixture.

CONSTITUTION: Si is put into a crucible 11 covered with a heat-insulation lining 3, having a hole on the bottom and made of SiO₂ or a material composed mainly of SiO₂. The Si is melted by heating with a dielectric heating coil 4. A plasma jet stream 10 of an inert gas such as Ar added with 0.1-10vol.% of steam and/or ≤1g of SiO₂ (based on 1NL of the inert gas) is blasted together with an electron beam 12 from a plasma arc torch 5 against the molten Si 1. The molten Si 1 is stirred by the action of the plasma jet 10 and the electron beam 12 to promote the elimination reaction of B and C in the molten Si 1 from the high- temperature part and obtain a high-purity Si.

COPYRIGHT: (C)1992, JPO& Japio



(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平4-228414

(43)公開日 平成4年(1992)8月18日

(51) Int.Cl. ⁵		識別記号	庁内整理番号	FI	技術表示箇所
C 0 1 B	33/037		6971 ~ 4 G		
H01L	31/04				
			7376 - 4M	H01L 31/04	X

審査請求 未請求 請求項の数7(全 8 頁)

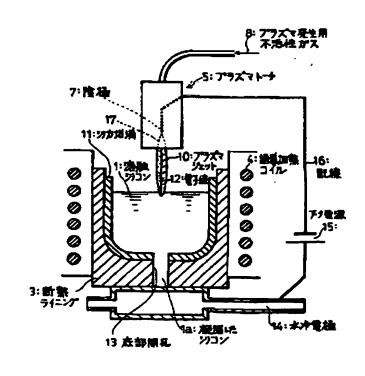
(21)出願番号	特願平3-104342	(71)出願人	000001258
(22)出願日	平成3年(1991)5月9日		川崎製鉄株式会社 兵庫県神戸市中央区北本町通1丁目1番28 号
(31)優先権主張番号	特願平2-138266	(72)発明者	馬場の裕幸
(32)優先日	平 2 (1990) 5 月 30日		千葉市川崎町1番地 川崎製鉄株式会社技
(33)優先権主張国	日本 (JP)		術研究本部内
(31)優先権主張番号	特願平2-138268	(72)発明者	湯下意吉
(32)優先日	平 2 (1990) 5 月 30 日		千葉市川崎町1番地 川崎製鉄株式会社技
(33)優先権主張国	日本 (JP)		術研究本部内
		(72)発明者	荒谷 復夫
•			千葉市川崎町1番地 川崎製鉄株式会社技
			術研究本部内
		(74)代理人	弁理士 小杉 佳男 (外1名)

(54) 【発明の名称】 シリコン精製方法及び装置

(57)【要約】

【目的】本発明は、太陽電池原料として使用することができる高純度のシリコンの精製方法及び装置に関し、金属シリコンのようにポロン及び炭素を多量に含むシリコンから、含有するポロン及び炭素を太陽電池用原料シリコンとして使用可能な濃度にまで除去する、経済的かつ量産性の高い方法及びその方法の実施に用いる装置を提供する。

【構成】シリカあるいはシリカを主成分とする容器内に溶融シリコンを保持し、該溶融シリコンの溶湯面に、プラズマジェット流を噴射する。このプラズマガスとして用いる不活性ガスに水蒸気を0.1~10体積%添加、及び/又はこの不活性ガス1Nリットル当りシリカを最大1g添加することが好ましい。また上記容器の底を開孔し、該開孔部分の溶湯を凝固せしめる冷却構造を有する電極を設け、該電極とプラズマトーチに内装されたプラズマ陰極との間にプラズマ発生用電源を接続し、プラズマジェットと電子線との双方をシリコン溶面に吹付けることが好ましい。



1

【特許請求の範囲】

【請求項1】 シリカあるいはシリカを主成分とする容 器内に溶融シリコンを保持し、該溶融シリコンの溶湯面 に、プラズマガスジェット液を噴射することを特徴とす るシリコン精製方法。

【請求項2】 プラズマガスとして用いる不活性ガスに 水蒸気を0.1~10体積%添加することを特徴とする 請求項1記載のシリコン精製方法。

【請求項3】 プラズマガスとして用いる不活性ガス1 Nリットル当りシリカを最大1g添加することを特徴と する請求項1又は2記載のシリコン精製方法。

【請求項4】 プラズマガスを噴射するプラズマトーチ と溶融シリコンとの間にプラズマ発生用電圧を印加して 精錬することを特徴とする請求項1~3のうちいずれか 1項記載のシリコン精製方法。

【請求項5】 溶融シリコンを保持するためのシリカあるいはシリカを主成分とする容器と、前記容器の外側から該容器内の溶融シリコンに熱を与える加熱手段と、前記容器内の溶融シリコンの溶湯面にプラズマガスを噴射するプラズマトーチとを備えたことを特徴とするシリコ 20 ン競型装置。

【請求項6】 溶融シリコンを保持するためのシリカあるいはシリカを主成分とする容器と、前記容器の外側から該容器内の溶融シリコンに熱を与える加熱手段と、前記容器内の溶融シリコンの溶湯面にプラズマガスを噴射するプラズマトーチとを備え、前記容器内の溶融シリコンと前記プラズマトーチとの間にプラズマ発生用電圧を印加してなることを特徴とするシリコン精製装置。

【請求項7】 前記容器の底部を開孔し、該開孔部分の 溶湯を凝固せしめる冷却構造を有する電極を設け、該電 30 極と前記プラズマトーチに内装されたプラズマ陰極との 間にプラズマ発生用電源を接続してなることを特徴とす る請求項6記載のシリコン精製装置。

【発明の詳細な説明】

[0001]

【産業上の利用分野】本発明は、太陽電池原料として使用することができる高純度のシリコンの精製方法および 装置に関する。

[0002]

【従来の技術】太陽電池に使用される高純度シリコンは、例えば比抵抗が0.1Qcm以上のものが使われるが、このようなシリコンではSi中に含まれる不純物含有量がppmオーダーまで除去されている必要がある。これに対して従来種々の技術が検討されているが、ボロン及び炭素は最も除去しにくい元素である。

【0003】特開昭63-218506号公報には、高 周波励起によって得られる熱プラズマ下でシリコンを溶 融する方法によってポロンを除去することができること が示されている。そこには、シリコンを高周波励起によ るプラズマで溶解するに当り、第1工程では1~100 2

%H₂ と99~0%A₇の混合ガスで処理し、第2工程では0.005~0.05%の酸素と1~99.995%のH₂ を含むA₇ との混合ガスをプラズマ発生用ガスとしたプラズマで処理すると記載されている。

【0004】このような方法では、

- (イ) 熱の利用効率の悪いプラズマでシリコンの溶解、 精製すべてを行うため、経済的に多大の負担が生じること
- (ロ) プラズマで溶融した場合、溶融したシリコンの領域は比較的小さな領域に限定されるため、生産性が悪く太陽電池用に利用するための大量生産に不向きな技術であること
 - (ハ) 局部的にシリコンの温度が過上昇するため精錬中のシリコンのロス(飛散、蒸発)が多く、プラズマガス中の酸素濃度を大きくできないことなどの欠点があった。

【0005】また炭素については、例えば特開昭62~292613号公報に示されるように、シリカ坩堝中で溶融したシリコンに減圧下でArガスを吹込み、これにより該溶融シリコンが撹拌されて脱炭できることが示されている。この方法では、脱炭速度が遅く、生産性が悪いという欠点があった。

[0006]

【発明が解決しようとする課題】本発明は、前記問題点を解決したシリコンの精製方法および装置を提供しようとするものである。すなわち、金属シリコンのようにボロン及び炭素を多量に含むシリコンから、含有するボロン及び炭素を太陽電池用原料シリコンとして使用可能な 濃度にまで除去する、経済的かつ量産性の高い方法およびその方法の実施に用いる装置を提供することを目的とする。

[0007]

【課題を解決するための手段】上記目的を達成するため の本発明のシリコン精製方法は、

- (1) 原料となるシリコンを、シリカあるいはシリカを 主成分とする耐火物で内張された容器中に、誘導加熱や 抵抗加熱など通常の方法で溶融して保持し、
- (2) この溶融シリコンの溶湯面に、上部より、アークにより発生した高温、高速のプラズマジェットガスを吹付け、このプラズマジェットにより溶融シリコンを撹拌すると共に、このプラズマジェットが溶融シリコンに衝突する高温部において、シリコン中のボロン及び炭素をガス中に除去することを特徴とする。
- (3) ここで、誘導加熱等の通常の加熱手段によって溶 融撹拌されたシリコンの表面に熱プラズマジェットを吹 付けるための熱プラズマ発生用ガスとして用いるアルゴ ン又はヘリウムなどの不活性ガスに水蒸気を0.1~1 0体積%の範囲で添加することが好ましい。
- (4) またこの場合プラズマガス1Nリットル当りシリ 50 カを最大1g添加すると好適である。ここで1Nリット

ルとは、標準状態(0 \mathbb{C} 、1 気圧)における気体1 リットルをいう。

(5) さらにプラズマガスを噴射するプラズマトーチと、溶融シリコンとの間にプラズ発生用電圧を印加して精錬することが好ましい。

【0008】また、上記方法を実施するための本発明のシリコン精製装置は、

- (6) 溶融シリコンを保持するためのシリカあるいはシ リカを主成分とする容器と、
- (7) 前記容器の外側から該容器内に保持された溶融シリコンに熱を与える加熱手段と、
- (8) 前記容器内に保持された溶融シリコンの溶湯面に プラズマガスを噴射するプラズマトーチとを備えたこと を特徴とする。
- (9) ここで、前記容器内に保持された溶融シリコンと 前記プラズマトーチとの間にプラズマ発生用電圧を印加 することが好ましい。

(10)また、容器内の溶融シリコンとプラズマトーチとの間にプラズマ発生用電圧が印加された精製装置を構成するにあたり、容器底を開孔し、その部分から溶場が 20 容器外に洩れないようにその部分の溶湯に温度勾配を付けて凝固させるための冷却構造をもつ電極を容器開孔部 直下に備え、該電極とプラズマトーチに内装されたプラズマ陰極とを電源を介して配線により接続し通電する構成とすることが好ましい。

[0009]

【作用】容器中のシリコン全体を溶融状態におくことで、プラズマジェットによるシリコン浴の撹拌を容易にし、これによって容器壁からシリコン中への酸素の供給を促進し、シリコン浴全体の酸素ポテンシャルを高め、 炭素、ポロンの除去を有利に進めることができる。

【0010】プラズマ発生ガスとしては通常Ar、He などの不活性ガスまたはこれにHzを混入した混合ガス を用いる。本発明では、シリコンより除去されるポロ ン、炭素は酸化物としてガス中に移行される。酸素は、 溶融シリコンの撹拌により容器に用いたシリカより供給 される。溶解用坩堝には、シリカあるいはシリカを主成 分とした耐火物で内張された容器が用いられるが、これ はシリコン中への不純物の混入を押えると同時に、シリ カが酸素供給源及び炭素除去の反応サイトを提供するこ とから炭素除去を同時に行わせるには不可決の要件であ る。しかし、より速い反応を期待するには、プラズマト ーチの出口において、プラズマジェット中にH₂O、O 2 などの酸化ガスあるいはシリカの粉末を混合すること が良好な結果をもたらす。特に水蒸気を0.1~10体 積%添加するか、及び/又は不活性ガス1Nリットルあ たり粉末シリカを最大1g添加すると有効である。

【0011】また、この場合、プラズマジェット中の酸 ことが望ましい。また精製を完了したシリコン中の他素含有量が高いと、溶融シリコン上に固体状態のシリカ 不純物は、通常行われる一方向凝固などにより、太陽が形成されることがあるが、この場合少量の溶剤(例え 50 池として所要の濃度まで容易に除去することができる。

ばCaOやCaF。など)を添加することによって、精製したシリカを溶融状態にし、プラズマジェットによる溶融シリコンの撹拌作用を妨げないようにすることができる。

【0012】またプラズマ発生ガスとしてのArまたは HeガスにH:を添加することにより、プラズマのジェ ットパワーを上げることにより溶融シリコンの撹拌作用 を強化した場合と同等の作用を得ることができる。以上 の場合は、アークがプラズマトー チ内で発生している が、容器底に開孔部を設けてそこに電極を設置し、これ によりプラズマ陰極から溶融シリコンに電子線が飛ぶよ うにするとアークがプラズマトーチ外に発生することと なり、このためトーチの発熱が押えられエネルギーロス をさらに小さくすることができる。またアークがプラズ マトーチ外に発生することから、プラズマジェットガス と共に電子線が溶融シリコンの浴湯面に吹付けられてこ のプラズマジェットと電子線との双方により溶融シリコ ンが撹拌され、浴湯面に吹付けられた電子線は溶融シリ コン中を撹拌しながら該溶融シリコン中を電流として通 ることとなり、これにより溶融シリコンの撹拌が強化さ れる。また、プラズマジェット及び電子線が溶融シリコ ンに衝突する高温部において、シリコン中のポロン及び 炭素の除去反応はさらに速く進行することとなる。

【0013】また、このボロン等の除去反応は、大気圧下で処理した場合でも十分速く進行するが、より効率的に進行させるには減圧下で処理を行うことが望ましく、この場合、SiOとしてのシリコンのロスを過大にしないためには10-3~1atmの範囲が望ましい領域と言える。上記シリコン浴の撹拌は、プラズマジェットの衝突により、溶融シリコン浴表面層で過度に昇温されることが防止され、高温に加熱される部分がプラズマジェット(および電子線)とシリコン浴の衝突する領域に限定されるようになり、シリコン浴中を電流が流れるようになり、シリコン浴中を電流が流れるようにした場合は、上記のようにシリコン浴の撹拌がより強化されるためさらに効果的である。

【0014】また小型の実験からシリコン浴を撹拌することでプラズマジェットに添加する水蒸気濃度は、10体積%まで高めても処理中にロスするシリコンは10%以下におさえられることがわかった。このように、シリコン浴の撹拌は本発明をよりよく実施するために不可欠な事項であり、誘導加熱を併用した場合は、これにさらに有利に作用することとなる。

【0015】この技術では原料として金属シリコンを用いるが、炭素の除去をより有効に行うには、予め濾過などにより金属シリコンに含まれるSiCを除去しておくことが望ましい。また精製を完了したシリコン中の他の不純物は、通常行われる一方向経固などにより、太陽電池として所要の濃度まで容易に除去することができる。

-91-

30

5

【0016】このように本発明は、シリコンの溶融に誘導加熱等の通常の方法を用いて、容器中のシリコン全部を溶融し、これにプラズマジェットを吹き付けるものであるが、こうすることによって、プラズマの使用を精製作用を目的とする時間内に限定することができ、プラズマトーチからのシリコンへの不純物の混入や、エネルギーのロスを最小に押えることができる。

[0017]

【実施例】以下本発明の実施例について説明する。図1は、本発明のシリコン精製装置の第一実施例の縦断面図 10である。この図において、溶融シリコン1は石英坩堝2中に収納され、その外周が断熱ライニング3で囲まれており、その外側に誘導加熱コイル4が装着されている。溶融シリコンの上方にプラズマトーチ5が備えられており、該プラズマトーチ5には電極として陽極6、陰極7があり、プラズマ発生用不活性ガス8を励起してプラズマジェット10を発生させ、溶融シリコン1の上面に照射する。プラズマ発生用ガスには、必要に応じてH2O、O2またはS(O2の粉末9が添加される。*

 $-d [B] / dt = \kappa [B] + C$

ここに、

[B]:シリコン中のポロン濃度(ppmW)

t:時間(min)

κ:係数で、水蒸気又は、酸素添加量の関数になる。

【0021】C:定数

上記(1)式中の κ が脱ポロン反応速度係数となり、この値が大きいほど効率よくポロンが除去されることになる。さらに処理条件を代えて検討を続けたところ速度係数 κ はプラズマガスに添加する水蒸気、酸素あるいはシリカ粉等の酸化剤の量によって変化し、脱ポロンを好適 30 に進行せしめるには、水蒸気添加量を 0.1~10体積%、粉末シリカを不活性ガス1Nリットルあたり1g以下の範囲に制御することが必要なことがわかった。

【0022】すなわち、図3に示すようにプラズマガス中に添加する水蒸気の濃度を0.1~10体積%の範囲にすることでポロン除去速度が向上することがわかった。これは、0.1体積%未満の添加量では、脱ポロン速度が小さくすぎて、実用上処理時間長くかかり過ぎ、また、10体積%を越えると、脱ポロン反応の起こる、プラズマジェットがシリコンの浴面に衝突する部分にシーのリコン酸化物の被膜が形成され、処理ができなくなるためである。

【0023】従来特開昭63-218506号公報では
0.005%~0.05%の酸素と1~99.995%
の水素を含むAr混合ガスを用いる方法が示され、上記
0.05%の酸素含有量は、臨界的な値と示されてい
る。本発明者らは、本法に用いたアークプラズマ発生装置を用いてこの公報に示された方法にしたがって50gのシリコンを用いて実験を行ってみたが、0.05%以上の酸素を混合すると、シリコン表面に酸化被膜が生じ

*【0018】ここでは、図1に示すように、まずシリコンを誘導加熱等の通常の加熱手段によって溶解すると同時に誘導によりこれを撹拌し、この溶融シリコン1の浴面に熱プラズマジェット10を吹付け処理する。この溶融に用いる坩堝の材質としてはシリコン1の汚染がないように石英坩堝を用いるのが好適である。当然のことながら石英と素材が同一である二酸化珪素(SiOz、シリカ)の粉をスタンプした坩堝を用いてもよい。

【0019】上記シリコン精製装置を用い、石英坩堝2 (内径115mm、高さ70mm)中で金属シリコン1 kgを誘導加熱で溶解し、これに30KWのアークプラズマトーチ5で発生したプラズマジェット10を浴表面50mmの位置で吹付けた。このときの溶融シリコン1中のポロン濃度変化は図2に示すように変化した。このプラズマジェットには、図示のようにH2 OやSiOzを加えた。脱B反応は下記(1)式のようにポロンの1次反応として観察された。

[0020]

... (1)

脱ポロン速度が遅くなり、シリコンのロス量も約40% に達して多くなる等の問題があり、処理量が小さなもの になってしまい、良好な結果は得られなかった。

【0024】これに対して、本発明では、上記のように、従来技術より大幅に多量な酸化剤の供給を可能とし、短時間で一度に多量のシリコンの精製を可能としている。この原因については必ずしも明確ではないが、誘導加熱によって生じる撹拌効果によって撹拌されているシリコン表面にプラズマジェットを当て、局部的に超高温の反応部分を形成したため、生成する酸化被膜が消滅したこと、酸化剤としてH2 Oガス、SiO2 の粉末を用いた効果によるものと考えられる。このように、本発明は、従来技術と比較して大きな酸化剤供給速度を可能にした量産向の精製技術である。

【0025】本発明では、酸化剤としてシリカ粉末を用いても生成を行うことができたが、より実用的には、これを H_2 〇ガス添加と併用して用いることによって図3に示すようにさらに大きな効果を上げることができた。このときのシリカ(平均粒径 10μ)の添加量はプラズマガス1Nリットル当り最大1gの範囲が好適であり、これを越えると、シリコン浴表面がシリカでおおわれて、処理に支障が生じた。

【0026】また、シリカ粉末の代りにCaO、CaF2、CaCl2の1種または2種以上の混合物を添加した場合にもシリカ粉末を添加したのと同じような効果が認められた。これは、これらの混合物が反応において溶融し生成するシリコン酸化物を吸収するため、同様な効果が得られたものと考えられる。

<実施例1>

の 図1に示す装置と同様な装置を用いて、500gのシリ

コンを、石英坩堝2に代えて配置された直径80mmの シリカ坩堝に入れて誘導加熱コイル4で1430℃に大 気圧で溶融し、これに30KWのアークプラズマトーチ 5 (プラズマガスA r 1 5 1/min) で発生したプラ ズマジェット10をシリコン浴表面から50mmの位置 より30分吹付けた。この処理により、シリコン中の炭 素、ポロンは、表1のNo.1に示すように除去され た。

< 実施例 2~3>

図1に示す装置を用いて、石英坩堝2(内径115m 10 m、高さ70mm)中で金属シリコン1kgを誘導加熱 で溶解し、これに30KWのアークプラズマトーチ5で 発生したプラズマジェット10を浴表面50mmの位置 で吹付けた。このプラズマジェット10中にはH20を 各々3体積%、4.5体積%加え、60分の処理を行っ た。この処理により、シリコン中の炭素、ボロンは表1 のNo. 2、No. 3に示すように除去された。

<実施例4>

上記実施例2、3と同じ方法装置を用いてプラズマジェ ットに3体積%のH₂ Oを添加し、さらにSiO₂の粉 20 末を0.6g/Nリットル加えたときの結果は表1のN o. 4のようであった。

<実施例5~6>

上記実施例1と同じ方法装置を用いて、プラズマジェッ トに各々H: 〇を9体積%、〇: を0. 1体積%加え、 30分の処理を行った。このときの炭素、ポロンの変化 は表1のNo. 5, No. 6のようであった。しかし、 〇2 を0.15体積%添加した時は、表面に固化したシ リカが生成し良好な処理ができなかった。

〈実施例7〉

上記実施例1、5~6と同じ方法装置を用いてプラズマ ジェットに3体積%のH2 Oを添加し、処理の雰囲気の 圧力を10⁻² a t mに減圧したときの結果は表1のN o. 7のようであった。この場合の処理時間は30分で あった。

<実施例8>

上記実施例1と同じ方法装置を用いて、大気圧でプラズ マジェットに0. 1体積%の0. を添加し、さらに溶剤 としてCaF::20g、CaO:20gを添加したと き、処理は順調に行うことができ、結果は表1のNo. 8のようであった。

従来法と同様にして500gのシリコンを直径80mm のシリカ坩堝で一度溶かしたものを固め、これをプラズ マで30分間溶解、精製処理した時の結果を表1のN o. 9に示す。本発明の方法に比べ精製効果が小さく、 かつ、シリコンのロスが多い。また、この実験では添加 したO2 量が0. 05体積%と低いがこれ以上添加する と、この方法では順調な溶解精製ができなかった。

第一の実施例(図1参照)と対応する部材には図1に付 した番号と同一の番号を付し、説明は省略する。図4は ライニング3でライニングされた底部に開孔のあるシリ カ坩堝11中にシリコンを収納し、誘導加熱コイル4で シリコンを溶解した後、プラズマアークトーチ5からプ ラズマジェット10及び電子線12を噴射し、溶融シリ コン1に吹付けている状態を示している。シリカ坩堝1 1の底部開孔13内のシリコン1aは、その直下に設け られた水冷電極14で冷却されて凝固した状態となって おり、この部分を通して水冷電極14に電流が流れる構

8

の実施例の縦断面図である。この図において、前述した

配線16によって図4のようにプラズマ陰極7及び水冷 電極14と接続されており、電子線12とシリコン1、 1 aを介して閉じた電気回路を形成している。アークプ ラズマトーチ 5 にはプラズマガス 8 として A r 又は A r にH2 を加えたガスが供給される。またプラズマガス中

に、H: O、O: 又はSiO: を混合する入り口17か

造となっている。重極の冷却は水の他、冷却された気体

を使用しても同様の効果が得られる。アーク電源15は

ら混合物が添加される。

く実施例9>

500gのシリコンを、底部に直径15mmの開孔13 のある直径80mmのシリカ坩堝11に入れて誘導加熱 コイル4で1430℃に大気圧で溶融し、これに30K Wのアークプラズマトーチ5 (プラズマガスAr151 /min)で発生したプラズマジェット10とともにプ ラズマ陰極から発せられた電子線12をシリコン浴表面 から50mmの位置より30分吹付けた。この処理によ り、シリコン中の炭素、ポロンは、表2のNo.1に示 すように除去された。

<実施例10>

上記実施例9と同一の方法装置を用いて、プラズマジェ ット10にH2Oを5体積%加え、30分の処理を行っ た。このときの炭素、ポロンの変化は表2のNo.2の ようであった。

<実施例11>

上記実施例9、10と同一の方法装置を用いてプラズマ ジェット10に3体積%のH2 〇を添加し、処理の雰囲 気の圧力を10⁻² a t mの減圧にしたときの結果は表2 40 のNo. 3のようであった。

<実施例12>

上記実施例9~11と同一の方法装置を用いて、大気圧 でプラズマジェット10に10体積%のH: Oを添加し たときの結果は表2のNo. 4のようであった。

<比較例>

従来法と同様にして500gのシリコンを直径80mm のシリカ坩堝11で一度溶かしたものを固め、これをプ ラズマで30分間溶解、精製処理した時の結果を表1の No. 9に示す。本発明の方法に比べ精製効果が小さく 【0027】図4は、本発明のシリコン精製装置の第二 50 かつ、シリコンのロスが多い。また、この実験では添加

10

したO: 量が0.05体積%と低いがこれ以上添加する *【0028】

と、この方法では順調な溶解精製ができなかった。

【表1】

lb.		処理前程度 (ppm)		処理後濃度 (ppm)		処理中のマサコンのロス		
	条 件	ポロン	炭素	ポロン	炭素	(%)	(kW)	
1	Arのみ・大気圧	17	72	1 2	·18	2.0	1 4	実施例
2	H = 0 3 %	17	63	3. 1	< 10	2. 1	1/6	¥
3	Ha O 4.5%	17	6 5	1. 0	< 1.0	3.5	1 5	N
4	H: 03% SiO: 粉末 0.6g/Nリットル	1 7	70	1. 1	< 10	2.5	16	N
5	9% H 。 O 添加·大気圧	13	65	1.0	< 10	2.7	15	u
В	0.1%O。添加·大気圧	16	67	8.0	< 10	4. 5	15	.,
.7	3%H 0添加 圧力10 ⁻¹ atm	1 5	63	4.5	< 1 0	5. 0	13	
8	O.1%O。添加·格剌添加	17	6 5	5. 5	< 10	7. 0	1 4	17
9	0.05%0。添加・大気圧	18	6 2	1 3	20	2 5. 0	1 3	比較例

[0029]

【表2】

Man.	集 件	処理前濃度 (ppm)		処理後濃度 (ppm)		処理中の対コの収入 (%)	プラズマ電力 (kW)	
		ポロン	决荣	ポロン	炭索	(%)	(
1	Arのみ・大気圧	18	74	12	16	2.5	11	実施例
2	5%H。0添加·大気圧	16	65	5.0	<10	3.2	9	"
3	3%H。O添加 圧力10 *atm	17	63	4.5	<10	5. 1	10	ų
4	10%H。O添加·大気圧	15	70	1.5	<10	8.5	11	B

[0030]

【発明の効果】本発明は太陽電池原料として使用される 30 【符号の説明】 高純度シリコンを経済的に製造する方法を提供するもの で、本発明を実施することによって、安価な金属シリコ ンを出発原料として高純度シリコンを製造することがで きるようになり、従来高価な半導体用シリコンを用いて いた太陽電池の低コスト化を可能とする。本発明は、こ れによって太陽電池利用を大きく進展させることができ る等、社会的にも多大の貢献をもたらす技術である。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明のシリコン精製装置の第一の実施例の縦 断面図である。

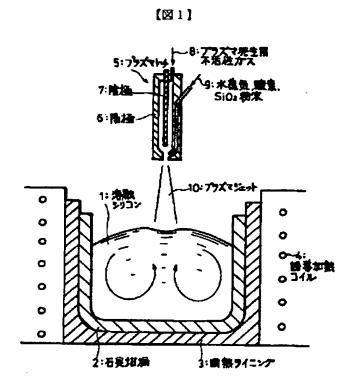
【図2】図1に示す装置でシリコンの精製を行った際の シリコン中のポロン濃度の経時変化を示すグラフであ る。

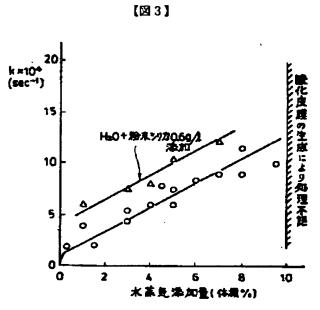
【図3】速度係数 κ の添加剤依存 性を示すグラフであ る。

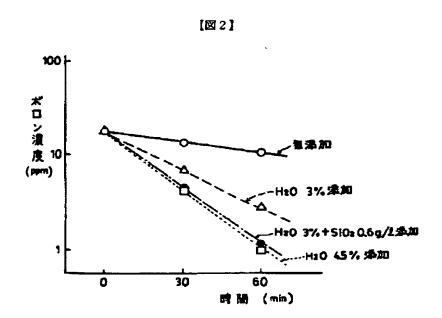
【図4】本発明のシリコン精製装置の第二の実施例の緩

断面図である。

- 1 溶融シリコン
- 2 石英坩堝
- 3 断熱ライニング
- 4 誘導加熱コイル
- 5 プラズマトーチ
- 6 陽極
- 7 陰極
- 8 プラズマ発生用不活性ガス
- 9 水蒸気、酸素、SiO2粉末
- 40 10 プラズマジェット
 - 11 シリカ坩堝
 - 12 電子線
 - 13 底部開孔
 - 14 水冷電極
 - 15 アーク電源
 - 16 配線







[図4]

